

HYDROPHIC TREATMENT OF SYNTHETIC FIBER

Publication number: JP55036309

Publication date: 1980-03-13

Inventor: OKUDA AKIRA; MORIWAKI TOSHIJI; KOJIMA TATSUJI

Applicant: TORAY INDUSTRIES

Classification:

- international: *D06M11/00; D06M11/50; D06M11/56; D06M13/02;
D06M13/165; D06M13/188; D06M13/192; D06M13/224;
D06M13/244; D06M13/248; D06M13/268; D06M13/322;
D06M15/53; D06M101/00; D06M101/16; D06M101/30;
D06M11/00; D06M13/00; D06M15/37; (IPC1-7):
D06M11/04; D06M15/10*

- European:

Application number: JP19780105633 19780831

Priority number(s): JP19780105633 19780831

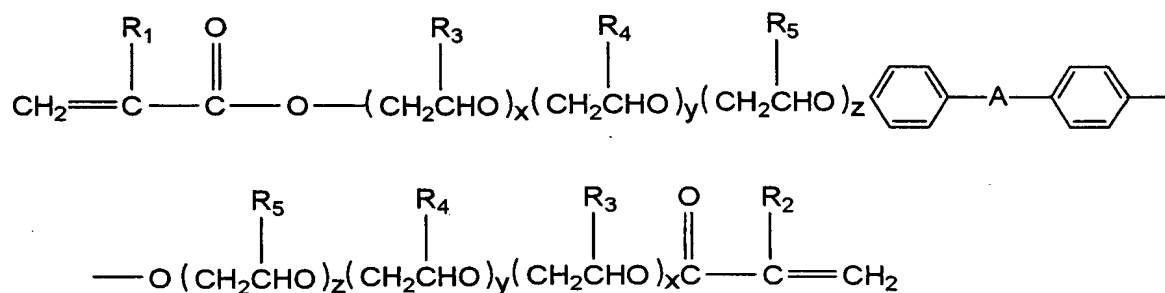
Report a data error here

Abstract not available for JP55036309

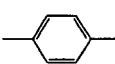
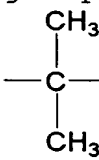
Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

ABSTRACT

The present invention is a method of hydrophilic treatment of a synthetic fiber which comprises soaking the synthetic fiber into a treatment liquid and heat-treating those, wherein the treatment liquid includes at least one kind of inorganic salt selected from the group consisting of alkali metal salt and ammonium salt of sulfuric acid, nitric acid, hydrochloric acid, formic acid, acetic acid and oxalic acid, and a compound having a structure represented by the following general formula:



in the formula, R₁ to R₅ represent H or an alkyl group with a carbon number of 1 or 2. x, y and z represent an integer of 0 to 30, and x+y+z represents an integer of 5 to 30. One of alkylene ether parts needs to be an ethylene oxide, and the number of moles of the ethylene oxide is (x+y+z)/2 or more. A represents one kind of group selected from -O-,

-NH-, -CH₂-, -SO₂-,  and , or nonexistence (benzene rings make a covalent bond).

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—36309

⑪ Int. Cl.³
D 06 M 15/10
11/04

識別記号

庁内整理番号
7107—4L
7107—4L

⑬ 公開 昭和55年(1980)3月13日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 合成繊維の親水化処理方法

①特 願 昭53—105633

②出 願 昭53(1978)8月31日

⑦発 明 者 奥田章

大津市園山一丁目1番1号東レ
株式会社滋賀事業場内

⑧発 明 者 森脇淑次

⑦発 明 者 小島辰治

大津市園山一丁目1番1号東レ
株式会社滋賀事業場内

大津市園山一丁目1番1号東レ
株式会社滋賀事業場内

⑧出 願 人 東レ株式会社

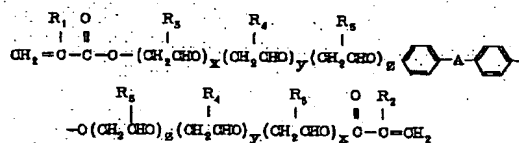
東京都中央区日本橋室町2丁目
2番地

明 細 書

1. 発明の名称 合成繊維の親水化処理方法

2. 特許請求の範囲

(1) 硫酸、硝酸、塩酸、炭酸、酢酸および磷酸のアルカリ金属塩並びにアンモニウム塩から成る群から選ばれた少なくとも1種の無機塩と、下記一般式で示される化合物とを含む処理液に、合成繊維を浸漬し、加熱処理することを特徴とする合成繊維の親水化処理方法。



(式中 $R_1 \sim R_9$ は H 又は炭素数 1 ~ 2 のアルキル基。
 x, y, z は 0 または 1 ~ 30 の整数で $x+y+z$ は 5 ~ 30。アルキレンエーテル部の一つは必ずエチレンオキサイドであることが必要であり、そのモル数は $\frac{x+y+z}{2}$ 以上である。 A は $-O-$ 、 $-NH-$ 、

$-CH_2-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-\text{C}_6\text{H}_4-$ 、および $-\text{O}-$ から選ばれた一種の基または存在しない (ベンゼン核同志が直接結合している) ことを示す。

3. 発明の詳細な説明

本発明は合成繊維の新規な親水化処理方法に関する。

合成繊維は種々の優れた化学的、物理的性質を有する反面、疎水性のため制電性、吸水性、BR 性等において多くの欠点を有しており、用途が限定されているのが現状である。これらの欠点を改良するため、従来より多くの方法が研究されているが未だ十分とはいえない。即ち親水性物質を製糸段階でブレンドする方法や仕上加工段階で親水性物質を繊維表面に付着処理する方法が知られているが、前者においては製糸性の低下、糸物性の低下及び染色性の低下等の問題がある。また後者においても洗濯耐久性の不足や染色堅牢度の低下等の問題が未解決のままである。

本願発明者らはこのような合成繊維の改質上の問題点を解決するため、研究を重ね合成繊維に対して親和性の強い親水化剤を見出し、既に特願昭51-66430として提案している。しかしこの親水化剤についても、浸漬処理での繊維に対する付着効率に問題があつた。即ち、エチレンオキシドのモル数の高いものは付着効率が大幅に低下し、実用上十分な親水性を付与することができない。本願発明者らはこの問題点を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、本願発明に到達したものである。

本発明の骨子は次の通りである。

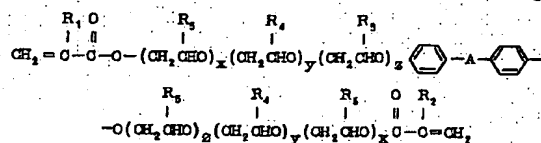
即ち、硫酸、硝酸、塩酸、醋酸、酢酸および砒酸のアルカリ金属塩並びにアンモニウム塩から成る群から選ばれた少なくとも1種の無機塩と、下記一般式で示される化合物とを含む処理液に、合成繊維を浸漬し、加熱処理することを特徴とする合成繊維の親水化処理方法。

- 3 -

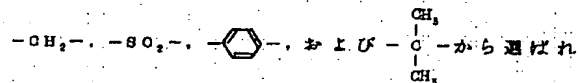
エーテル部はポリオキシエチレン (EO)、ポリオキシプロピレン (PO) 又は/及びポリオキシブチレン (BO) から成るものであるが、それらの重合度は適当な範囲が存在し、重合度が低すぎると繊維との親和力は強くなり、吸着効果は出るが親水性能不足となる。一方重合度が高すぎると繊維に吸着しなくなる。またポリアルキレンオキシドの炭素数が多くなるほど、繊維親和性は強くなるが親水性は低下する。従つて繊維との親和性と性能との兼ね合いから、EO、PO及びBOの重合度は10~20モル程度が望ましく、又、PO及び/又はBOの重合度はEOに対して1/2以下が好ましい。この場合、EOの重合度が増すに従つて制電性及び吸水性の性能向上が期待されるが、反面繊維に吸着され難くなる。実際に性能が非常に良好なEOのモル数の領域では、この親水化剤単独で合成繊維を浸漬処理しても付着効率がかなり低下し実用的には問題がある。しかし本発明の特定な塩の共存下で浸漬処理方法では、付着効率の向上が顕著であり、単独処理では付与で

- 5 -

特願昭55-36309(2)



(式中R₁~R₈はH又は炭素数1~2のアルキル基。
x, y, zは0または1~30の整数でx+y+zは5~30。アルキレンエーテル部の一つは必ずエチレンオキシドであることが必要であり、そのモル数は $\frac{x+y+z}{2}$ 以上である。Aは-O-, -NH-,



た一種の基または存在しない(ベンゼン核同志が直接結合している)ことを示す。

以下本発明について詳説する。

本発明で用いる親水化剤は、繊維親和性を有する部分と、親水性を有する部分とから成り、更に高分子化し得るビニル基を合わせ持つ構造の化合物である。親水性を有する部分、即ちアルキレン

- 4 -

きなかつた高度の性能が得られるのである。

上記一般式で示めされる親水化剤としては、例えば、ポリオキシエチレンセグメントの分子量が440及び660である2,2'-ビス(4-メタクリロキシポリエトキシジフェニル)プロパンの如きものがある。

またこれらの親水化剤の付着性を向上させるために添加する塩としては、Na₂SO₄、NaOH、NaNO₃、(NH₄)₂SO₄、CH₃COONH₄、HCOONH₄、NH₄Cl、(NH₄)₂C₂O₄、CH₃COONa等の硫酸、硝酸、塩酸、醋酸、酢酸および砒酸のアルカリ金属塩並びにアンモニウム塩がある。

本発明に係る親水化剤の付着性を向上させる添加剤としては、上記の塩が必須であり、酸、アルカリ及び他の塩では全く効果がみられない。なかには付着性を阻害するものすらある。

処理対象となる合成繊維は、ポリアミド、ポリエステル、ポリアクリロニトリル、ポリオレフィン及びこれらの変性重合体からなる長繊維、短繊維、紡績糸、及びこれからなる組織物、不織布な

- 34 -

- 6 -

どであつて、製造方法、構成成分及び配列等によつて限定されるものではない。付与された親水性の耐久性の面からポリエステル系繊維を対象とした時、最も効果が顕著である。ポリエステル系繊維は一般に行なわれるアルカリ処理を行なつたものでも良い。

本発明の処理方法をさらに詳細に述べる。本発明の処理方法は浸漬処理に関するもので、繊維に対して0.5～2.0重量%、好ましくは1～10重量%の親水化剤を含む水溶液または水中分散液に、親水化剤の付着性を向上させるための塩を水溶液濃度として0.1～5%、好ましくは0.3～2%になるよう添加調整した処理液に合繊を浸漬し、30～150℃で加熱処理するものである。その際、親水化剤の重合反応を速めるために一般に用いられる重合開始剤を添加しても良い。特にレドックス系開始剤を用いれば低温短時間処理が可能となる。この浸漬処理は染色の前後どちらで行つても良く、また染色と同時に進行することも可能である。この場合、キャリアー染色で一般に用いられてい

- 7 -

加することにより極めて付着性が良好になることである。

また本発明の特徴のもう一つは、染色と同時に親水化処理が可能であり、しかも非常に優れた耐洗濯性を有する吸水性、制電性及びB.R.性を付与することが可能な点である。合成繊維への親水化剤の固着機構は、繊維表面での被膜化と繊維束内部での固着が同時に起つていると考えられる。

次に本発明の実施例を示す。

実施例1

繊維に対して3.0重量%のポリオキシエチレンセグメントの分子量が660なる2,2'ビス(4-メタクリロキシポリエトキシジフェニル)プロパンと5g/lの無水硫酸ナトリウムからなる水溶液に精練処理したテトロン加工糸織物(目付150g/m²)を浸漬し(浴比1:30)、130℃で30分間処理した。また比較例として無水硫酸ナトリウム無添加のものについても同様に処理した。

水洗、乾燥後、処理布の一部を2g/lの中性洗剤(ザブ・花王石鹼製)水溶液中で40℃で5分

- 9 -

特開昭55-36309(3)

る様な繊維膨潤剤を併用すれば、染料の繊維中への浸透が助けられ、親水化剤の付着性も向上する。

本発明において親水化剤の水中分散液とは、親水化剤の微粒子が水中に分散している状態をいい、必要に応じてトルエン、キシレン、ベンジルアルコール、クロロベンゼン等の一般の有機溶媒や乳化剤及び分散剤として用いられている一般の界面活性剤を使用しても良い。

本発明に用いられる重合開始剤としては過硫酸アンモン、過硫酸カリ、過酸化水素、過酸化ベンゾイル等ビニル重合開始剤として使われる過酸化物及びこれらの過酸化物と鉄(II)イオン、亜硫酸塩、ヒドロキシルアミン及びヒドラジン等の還元剤との組合せによるレドックス系の開始剤が使われ、かかる重合開始剤の種類を選択することにより、適宜所望処理条件で処理することが可能である。

本発明の特徴の一つは、親水化剤単独または染料と共存下で浸漬処理しても親水性の高いモノマーは繊維に対する付着性が悪いが、特定の塩を添

- 8 -

間洗濯し次いで水洗乾燥した。この洗濯、水洗、乾燥の操作を5回繰返した。洗濯前後の処理布について付着率、吸水性、摩擦帯電圧を測定し、これらの測定結果を表1に示した。本発明の処理法によれば親水化剤の付着効率が高く洗濯による脱落、性能の低下がないことは明らかである。

なお、性能評価法は次の通りである。

付着率：処理前後の重量変化から求めた。

吸水性：試験布上に一滴が約0.03mlの水滴を落とし、それが完全に吸収される時間を測定した。

摩擦帯電圧：京大化研式ロータリースタチックテスターを用い、綿布を対象布として20℃、40%RHの雰囲気中で測定した。

実施例2

繊維に対して3.0重量%のポリオキシエチレンセグメントの分子量が660なる2,2'ビス(4-メタクリロキシポリエトキシジフェニル)プロパンと5g/lの無水硫酸ナトリウムおよび繊維に対して0.5%のレソリンレッドAB(バイエル社製)

- 10 -

からなる処理液を調整した。これに精練処理したポリエステル長繊維加工糸織物（目付 $150\text{g}/\text{m}^2$ ）を浸漬し（浴比 $1:30$ ）、 130°C で1時間処理した。また比較例として無水硫酸ナトリウムを添加しないものについても同様に処理した。湯洗後処理布の一部を実施例1と同様な操作で洗濯処理した。洗濯前後の処理布について付着率、吸水性及び摩擦帯電圧を測定し、これらの測定結果を表に示した。本発明の処理法によれば、親水化剤の良好な付着性と性能が得られることは明らかである。なお染色性及び染色堅牢度に問題はなかった。

実施例3

繊維に対して3重量%のポリオキシエチレンセグメントの分子量が660なる2,2'-ビス（4-メタクリロキシポリエトキシジフェニル）プロパンと $10\text{g}/\ell$ の無水硫酸ナトリウムからなる水溶液に、 $0.1\text{g}/\ell$ の過硫酸アンモニウムと $0.3\text{g}/\ell$ のスーパーライトO（還元剤、三菱ガス化学製）を添加し処理液を調整した。この処理液に染色したテトロン加工糸織物（目付 $150\text{g}/\text{m}^2$ ）を浸漬し（浴比

-11-

処理した。洗濯前後の処理布について付着率、吸水性及び摩擦帯電圧を測定した結果、表に示したような良好な結果が得られた。染色性、染色堅牢度に問題はなかった。

実施例5

繊維に対して5重量%のポリオキシエチレンセグメントの分子量が660なる2,2'-ビス（4-メタクリロキシポリエトキシジフェニル）プロパンと $10\text{g}/\ell$ の無水硫酸ナトリウムからなる水溶液に $0.1\text{g}/\ell$ の過硫酸アンモニウムと $0.3\text{g}/\ell$ のスーパーライトOを添加し処理液を調整した。この処理液に染色したポリアミド長繊維織物（目付 $100\text{g}/\text{m}^2$ ）を浸漬し（浴比 $1:30$ ）、 70°C で30分間熱処理した後十分水洗、乾燥した。また比較試験として無水硫酸ナトリウムを添加しないものについても同様な処理を行なった。それぞれの処理布について処理布の一部を実施例1と同様に洗濯処理した。洗濯前後の処理布について付着率、吸水性及び摩擦帯電圧を測定し、結果を表に示した。本発明の処理法は親水化剤の良好な付着性と性能

-13-

特開昭55-36309(4)

$1:30$ ）、 70°C で30分間処理した。十分水洗した後、乾燥し、処理布の一部を実施例1と同様に洗濯処理した。洗濯前後の処理布について付着率、吸水性及び摩擦帯電圧を測定した。また、比較例として無水硫酸ナトリウム無添加のものについても同様に処理した。これらの結果を表に示した。本発明の処理法によれば親水化剤の良好な付着性と性能が得られる。また加工変色、染色堅牢度に問題はなかった。

実施例4

実施例3と全く同じ処理液に精練処理したテトロン加工糸織物（目付 $150\text{g}/\text{m}^2$ ）を浸漬し（浴比 $1:30$ ）、 70°C で30分間処理した。良く水洗した後、繊維に対して2重量%のスマカロンブルーBBQ（住友化学）を用いて 130°C で1時間染色処理した。水洗後、47°Beカセイソーダ、アミラシンD（非イオン界面活性剤、第一工業）及びハイドロサルファイト各 $1\text{g}/\ell$ からなる水溶液中で 80°C で30分間、還元洗浄した。水洗乾燥後、処理布の一部を実施例1と同様な操作で洗濯

-12-

が得られ、加工変色、染色堅牢度に問題はなかった。

実施例6

繊維に対して5重量%のポリオキシエチレンセグメントの分子量が660なるビスフェノールAジメチルメタクリレートと $10\text{g}/\ell$ の無水硫酸ナトリウムからなる水溶液に $0.1\text{g}/\ell$ の過硫酸アンモニウムと $0.3\text{g}/\ell$ のスーパーライトOを添加し処理液を調整した。この処理液に精練処理したポリアクリルスパン織物（目付 $120\text{g}/\text{m}^2$ ）を浸漬し（浴比 $1:30$ ）、 70°C で30分間処理した。良く水洗した後、繊維に対して2重量%のカヤクリルブルーOR（日本化薬）及び $0.5\text{g}/\ell$ の酢酸からなる染色液に浸漬し、 100°C で1時間染色した。また比較例として無水硫酸ナトリウムを添加しないものについても同様な処理を行なった。それぞれの処理布の一部を実施例1と同様な操作で洗濯処理した。洗濯前後の処理布について付着率、吸水性及び摩擦帯電圧を測定した結果、表に示したように本発明の処理法は親水化剤の良好な付着性

-14-

と性能が得られる。また染着性、染色堅牢度に関
題はなかった。

表 各実施例の評価結果

実施例	評価項目 洗濯回数	付着率(%)		吸水時間(秒)		摩擦帯電(V)	
		0	5	0	5	0	5
1	本発明	27	21	0	0	230	350
	比較例	15	08	0	9	670	2200
2	本発明	24	18	0	0	210	340
	比較例	10	04	1	18	1010	3100
3	本発明	28	23	0	0	210	290
	比較例	17	10	1	5	430	1900
4	本発明	28	25	0	0	320	290
5	本発明	40	31	0	0	510	590
	比較例	18	08	3	25	1380	3800
6	本発明	42	25	0	0	620	1520
	比較例	15	06	0	0	1500	5100
※未処理布 1		-	-	180<	180<	6700	7200
※ " 2		-	-	180<	180<	8100	8500
※ " 3		-	-	1	1	8800	9500

※未処理布 1 精練処理したテトロン加工糸織物
(実施例 1 ~ 4)

※未処理布 2 染色したポリアミドフィラメント
織物(実施例 5)
※未処理布 3 精練処理したポリアクリルスパン
織物(実施例 6)

特許出願人 東レ株式会社